vinetur

Ricercatori sviluppano un test di 36 minuti per rilevare 107 pesticidi nel vino bianco

Il metodo distingue forme chimiche speculari non rilevate dai test di routine sul vino, compreso un caso di fipronil mascherato dai residui totali

martedì 10 novembre 2026



I ricercatori hanno presentato un metodo più rapido per misurare i residui di pesticidi nel vino bianco, in grado anche di distinguere le forme speculari di alcune sostanze chimiche che i test standard tendono a raggruppare.

In uno studio presentato lunedì 9 novembre da LCGC International e pubblicato su Analytica Chimica Acta, il team ha spiegato di aver utilizzato la gascromatografia a bassa pressione accoppiata alla spettrometria di massa tandem, o LPGC-MS/MS, per analizzare 107 pesticidi nel vino bianco con un ciclo di 36 minuti. La raccolta dei dati analitici è stata completata in 27 minuti e il metodo ha garantito una separazione adeguata per sette coppie di pesticidi chirali, hanno riferito i ricercatori.

Il lavoro affronta un problema di lunga data nell'analisi dei pesticidi. Molti pesticidi sono chirali, cioè esistono in due forme speculari, o enantiomeri. Queste forme possono comportarsi in modo diverso negli organismi viventi e nell'ambiente. Un enantiomero può essere responsabile della maggior parte dell'azione antiparassitaria desiderata, mentre l'altro può essere meno efficace o comportare rischi tossicologici diversi. Ciononostante, le norme sui residui si concentrano generalmente sulla quantità totale di un pesticida, anziché sulla quantità di ciascun enantiomero.

Ne deriva una lacuna nei controlli alimentari di routine, soprattutto per un prodotto come il vino, nel quale i residui possono essere presenti a concentrazioni molto basse, all'interno di una matrice chimicamente complessa che comprende alcol, zuccheri, pigmenti e numerosi composti naturali. I precedenti metodi di analisi dei pesticidi applicati al vino non separavano queste forme speculari, neppure quando i composti analizzati erano chirali.

I ricercatori hanno spiegato che il nuovo approccio è stato concepito per superare il consueto compromesso della gascromatografia chirale tra velocità, risoluzione e capacità di carico del campione. Le separazioni chirali convenzionali si basano spesso su colonne lunghe e strette, che possono garantire una buona risoluzione ma richiedono più tempo e accettano quantità limitate di campione. Il team ha invece combinato una colonna chirale corta e ad ampio diametro con condizioni di bassa pressione in uscita. Secondo Mariosimone Zoccali, autore corrispondente dello studio, questa configurazione ha consentito di aumentare la velocità del gas e accelerare le

separazioni, mantenendo una capacità di risoluzione sufficiente per l’analisi mirata dei pesticidi.

Nelle condizioni selezionate, il metodo ha utilizzato una colonna a γ-ciclodestrina ad ampio diametro, lunga 5 metri, e un programma di temperatura con incrementi di 5 °C al minuto da 50 °C a 180 °C. Zoccali ha affermato che il controllo della temperatura ha avuto il maggiore effetto sulla risoluzione enantiomerica, perché le interazioni che separano le forme speculari sono deboli e sensibili al calore. Rampe di temperatura più ripide hanno ridotto le prestazioni, mentre un programma più lento, di 2 °C al minuto, ha migliorato la risoluzione ma allungato la durata dell’analisi a circa 75 minuti. Il metodo finale rappresenta un compromesso tra velocità, separazione e qualità del segnale.

Secondo lo studio, la colonna ad ampio diametro ha inoltre agevolato il caricamento dei campioni e la robustezza nell’uso di routine. Il sistema ha consentito un’iniezione splitless di 5 µL di estratto concentrato, migliorando la rilevabilità dei residui in tracce senza sovraccaricare la colonna. I ricercatori hanno riferito che la configurazione è rimasta utilizzabile per circa 450 iniezioni.

Per la preparazione dei campioni, il team ha impiegato una procedura QuEChERS modificata con estrazione mediante acetato di etile. Dieci grammi di vino sono stati estratti con 10 mL di acetato di etile in presenza di solfato di magnesio, cloruro di sodio e sali di citrato, quindi concentrati di circa 100 volte sotto un flusso delicato di azoto. I ricercatori hanno testato un ulteriore passaggio di purificazione con estrazione in fase solida dispersiva, ma lo hanno poi escluso perché non migliorava le prestazioni analitiche e poteva introdurre composti interferenti.

La rilevazione è stata effettuata con uno spettrometro di massa a triplo quadrupolo in modalità di monitoraggio delle reazioni multiple, con due transizioni monitorate per ciascun pesticida. Poiché la gascromatografia a bassa pressione produce un’eluzione più rapida e picchi più stretti, il metodo ha utilizzato un’acquisizione programmata e specifica per ciascun composto a 14 Hz, così da raccogliere dati sufficienti sui picchi mantenendo la sensibilità.

Secondo i ricercatori, il metodo ha generalmente soddisfatto i requisiti prestazionali adottati nei controlli europei di routine sui pesticidi. I limiti di quantificazione riportati erano pari o inferiori ai limiti massimi di residuo pertinenti, con valori compresi tra 2,1 e 74,4 µg kg^{-1}. La precisione intra-giornaliera è risultata inferiore al 15% per i composti testati, con un coefficiente di variazione medio di circa il 6%. L'accuratezza variava dal 73 al 125% a 0,01 mg kg^{-1}, dall'85 al 118% a 0,05 mg kg^{-1} e dall'89 al 107% a 0,1 mg kg^{-1}. I recuperi erano inferiori e più variabili, con una media di circa il 56% a 0,01 mg kg^{-1} e del 42% a 0,1 mg kg^{-1}, sebbene la precisione associata rimanesse entro i criteri comunemente applicati.

Lo studio ha inoltre evidenziato una ragione pratica per separare gli enantiomeri prima che ciò diventi un obbligo normativo. Zoccali ha riferito che in un campione di vino commerciale un enantiomero del fipronil superava il limite massimo di residuo applicabile, mentre l'altro rimaneva al di sotto. Un unico risultato relativo ai residui totali, ha spiegato, potrebbe quindi offrire un quadro meno informativo della contaminazione e dell'esposizione effettive.

I ricercatori non hanno presentato il metodo come un'immediata alternativa alle attuali norme sui residui. Lo hanno invece descritto come uno strumento che potrebbe contribuire a raccogliere le prove necessarie per un quadro normativo più dettagliato, producendo dati sulla presenza dei pesticidi e sostenendo future valutazioni del rischio per i singoli enantiomeri.

Per il settore delle bevande, il metodo potrebbe avere implicazioni più ampie se si dimostrasse affidabile anche al di fuori dello studio iniziale. Un'analisi più rapida dei residui nel vino potrebbe aiutare i laboratori a esaminare più campioni in meno tempo, offrendo al contempo a cantine e autorità per la sicurezza alimentare un quadro della contaminazione più dettagliato di quello fornito dai metodi convenzionali per l'analisi multiresiduale. Ciò potrebbe essere particolarmente rilevante nei programmi di sorveglianza di routine, nei quali l'aggiunta di informazioni chirali ha tradizionalmente comportato un notevole allungamento dei tempi.

Gli autori hanno affermato che il metodo sembra più adatto ai controlli ad alta produttività rispetto ai flussi di lavoro tradizionali della gascromatografia chirale, ma ne hanno anche sottolineato i limiti. Hanno spiegato che prima di poter considerare l'approccio per l'uso normativo di routine su larga scala sarà necessaria una convalida più ampia tra laboratori. Hanno inoltre indicato che occorreranno ulteriori test su altri tipi di vino e matrici alimentari.

Lo studio è stato firmato da Giorgia Rinaldi, Zoccali, Peter Q. Tranchida e Luigi Mondello. Nell'intervista, Zoccali ha spiegato che l'obiettivo del team non era soltanto ridurre i tempi di analisi, ma anche rendere più praticabile l'analisi enantioselettiva dei pesticidi in un contesto di monitoraggio reale, nel quale i laboratori hanno bisogno sia di velocità sia di selettività.